

Beschreibung

Wasserbasierende Pigmentpräparationen

- 5 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wasserbasierende Pigmentpräparationen, Verfahren zu ihrer Herstellung, ihre Verwendung zum Färben von makromolekularen Materialien aller Art, z.B. von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, bevorzugt Cellulosefasern, insbesondere zur Papiermassefärbung.
- 10 Es ist seit etwa 40 Jahren Stand der Technik, organische Buntpigmente zur Massefärbung von Papieren zu verwenden. Dazu werden die hydrophoben Pigmente mit Tensiden und verschiedenen Zusatzmitteln in Wasser dispergiert. Eine solche wässrige Dispersion kann in den Pulp (Wasser-, Zellstoff-,
- 15 Titandioxidgemisch), aus dem das Papier gebildet wird, problemlos eingearbeitet werden. Anorganische und organische Pigmente haben jedoch keine Affinität zu Cellulosefasern im Gegensatz zu Direktfarbstoffen. Die dispergierten Pigmente würden ohne den Einsatz von weiteren chemischen Hilfsmitteln auf dem Papiermaschinensieb aus dem sich bildenden Faservlies ausgewaschen und sich
- 20 im Kreislauf der Papiermaschine anreichern. Daher müssen die Pigmente geflockt werden. Zur Flockung und möglichst vollständigen Retention anionisch geladener Pigmente dienen in erster Linie kationische Epichlorhydrinharze, die sogenannten Retentionsmittel bzw. Nassfestmittel. Sie bilden zusammen mit den Pigmenten nach außen hin durch sogenanntes „Bridging“ und „Patching“ kationisch geladene
- 25 Agglomerate, die Flocken. Die Retentionsmittel flocken nicht nur die dispergierten Buntpigmente, sondern auch Titandioxid und Feinfaseranteile. Die Flocken binden sich mittels ionischer Wechselwirkungen und Wasserstoffbrückenbindungen an die Cellulosefasern, wodurch sie retendiert werden.
- 30 Die zur Dispergierung der hydrophoben Pigmente verwendeten Dispergiermittel und Zusatzstoffe haben einen entscheidenden Einfluss auf den Flockungsprozess. Die Flocken sind je nach Art der verwendeten anionischen und neutral geladenen Tenside, der daraus resultierenden Pigmentladung, sowie des zur Flockung

- verwendeten kationischen Polymers mehr oder weniger scherempfindlich. In den letzten Jahren hat sich beim Herstellungsprozess von Papier die Arbeitsgeschwindigkeit der Papiermaschinen signifikant erhöht. Betrug die durchschnittlichen Maschinengeschwindigkeiten früher 200 – 250 m/min, so laufen
- 5 heutige Dekorpapiermaschinen mit 600 – 800 m/min. Entsprechend hoch sind dadurch aber auch die Scherbelastungen für die Pigmentflocken in den Pumpen und auf der Siebpartie der Maschinen geworden. Eine einmal zerstörte Flocke kann nach Neutralisation der kationischen Außenladung kaum noch im Faservlies retendiert werden. Die Folge ist eine zurückgehende Farbstärke und eine höhere
- 10 Anfärbung des verwendeten Kreislaufwassers. Zeit- und ressourcenverbrauchende Farbkorrekturen werden notwendig. Die entstehenden instabilen Maschinenverhältnisse haben hohe Ausschussmengen und Zeitverlust zur Folge.
- 15 Die aus den hohen Arbeitsgeschwindigkeiten der Papiermaschinen resultierenden hohen Scherraten des Pulps verschärfen die Anforderungen an die Flockungs- bzw. Scherstabilität für eine optimale Retention des Pigmentes. Die aus dem Stand der Technik bekannten wässrigen Pigmentpräparationen für Papiermassefärbung erfüllen oftmals nicht die von der Papierindustrie gestellten
- 20 Anforderungen. Häufig enthalten solche Pigmentpräparationen als Dispergiermittel anionische und/oder nichtionogene Tenside. In der Regel handelt es sich bei diesen Tensiden um Alkylarylverbindungen und um deren Oxalkylierungs- und Sulfonierungsprodukte. Das größte Problem dieser käuflichen Pigmentpräparationen liegt in der mangelnden Scherbeständigkeit. Viele bekannte
- 25 Pigmentpräparationen verlieren in modernen Dekorpapiermaschinen unter starker Scherbeanspruchung 5 – 15 % an Farbstärke. Gleichzeitig tritt eine hohe Schaumentwicklung auf, die als zweitgrößtes Problem zu werten ist. Schaum behindert das Umpumpen und die Strömungsverhältnisse des Wasser-Zellstoff-Gemisches in erheblichem Ausmaß. Zudem erzeugen zerplatzende
- 30 Schaumblasen auf dem Papier Krater und Ringe unterschiedlicher Farbstärke.

Zu den weiteren Problemen, die bei bekannten wässrigen Pigmentpräparationen zur Papiermassefärbung auftauchen, zählt eine zu geringe Lagerstabilität. Nach

einiger Lagerzeit tritt häufig Sedimentation ein, oder eine hohe Viskositätszunahme führt zur Verfestigung. Einige Präparationen zeigen eine ausgeprägte Strukturviskosität und sind thixotrop, wodurch sie sich unter Scher- oder Schubspannung wieder verflüssigen lassen; andere Präparationen hingegen
5 bleiben selbst nach energischer Durchmischung fest. Bei vielen Pigmentdispersionen führt die unter der Lagerhaltung einsetzende Agglomeration mangels Stabilität der dispergierten Teilchen zu einer zahlenmäßigen Verringerung derselben und daraus resultierend zu einer geringeren Farbstärke bei der Papiermassefärbung. Häufig ist bei käuflichen Pigmentpräparationen auch
10 eine schlechte Eintrockenbeständigkeit gegeben. Die Dispersionen trocknen bei angebrochenen Gebinden an Deckel und Wandungen sehr zügig zu festen Verkrustungen und Klumpen ein. Nachteilig ist, dass die Pigmentpräparationen dabei inhomogen und zu schnell eintrocknen, obwohl sie Wasser-Retentionsmittel wie beispielsweise Glykole enthalten, die ein An- oder Eintrocknen der Präparation
15 vor deren Gebrauch verhindern sollen. Durch Abblättern der Verkrustungen und Klumpen in die wässrige Dispersion kommt es bei der späteren Applikation zur Streifen- oder Stippenbildung auf dem Papier.

Für Papiermassefärbung vorgestellte Präparationen aus EP-B-0 065 751
20 enthalten Novolake, die aufgrund von potentiell enthaltenden NebenkompONENTEN wie Nonylphenol heutzutage unerwünscht sind. Zudem sind diese Pigmentpräparationen ungenügend scherbeständig. Ferner sind zur Papiermasseefärbung Pigmentpräparationen in folgenden Patenten vorgestellt worden: WO-A-02 095 130, EP-B-1 165 696, DE-A-197 31 572. Jedoch erfüllen
25 die Pigmentpräparationen nicht alle oben angesprochenen Qualitätsmerkmale.

Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, wässrige Pigmentpräparationen bereitzustellen, die ein Anforderungspotential erfüllen, welches deutlich über dem Stand der Technik liegt: Die Pigmentpräparationen
30 sollten über eine hohe Scher- bzw. Flockenstabilität verfügen, so dass sich aus den dispergierten Pigmenten in Kombination mit kationischen Polymeren kleine kompakte und damit scherstabile Flocken ausbilden. Weiterhin sollen die Pigmentpräparationen bei der Applikation unter hoher Fließgeschwindigkeit und

Scherbeanspruchung keine oder nur eine sehr geringe Schaumentwicklung hervorrufen. Zusätzlich soll eine sehr gute Retention und Penetration bei der Applikation sichergestellt sein. Ferner soll die Konzentration der Pigmente in den Präparationen möglichst hoch sein und in der Regel bei mindestens 30% liegen.

- 5 Die Pigmentpräparationen sollen über eine hohe Farbstärke, genau definierte Coloristik hinsichtlich Farbtöne und Farbreinheit, hohe Licht- und Ausblutechtheit und niedrige Viskosität verfügen. Eine gute Lagerstabilität von mindestens zwei Jahren wird angestrebt, d.h. die dispergierten Pigmente sollten in dieser Zeit nicht agglomerieren und sich absetzen. Außerdem sollen diese Pigmentpräparationen
- 10 vor der Verwendung an- und eintrockenbeständig sein. Ein Eintrocknen soll zwar über einen längeren Zeitraum möglich sein, jedoch homogen verlaufen, begleitet von einer Filmbildung. Ein weiteres wichtiges Kriterium ist, dass die Pigmentdispersionen über eine hohe Reinheit verfügen, da zu hohe Konzentrationen an anorganischen und organischen Salzen sowie Ionen bei der
- 15 Flockung der Pigmente und bei der Retention an die Faser störend wirken. Letztlich sollten die Dispergiermittel und Additive von Pigmentpräparationen möglichst gut biologisch abbaubar sein und kleine CSB- und BSB-Werte haben, damit bei der Papierherstellung das Kreislaufwasser nicht unnötig belastet wird. Ökotoxikologisch einwandfreie Pigmentdispersionen basieren weitgehend auf
- 20 Wasser und enthalten keine oder nur geringe Anteile an organischen Lösungsmitteln.

- Überraschenderweise wurde gefunden, dass durch die Kombination von nachstehend gelisteten Pigmenten, Tensiden, Additiven und Zusatzstoffen
- 25 wässrige Pigmentpräparationen hergestellt werden können, die die oben angesprochenen Qualitätsanforderungen hinsichtlich Papiermassefärbung, Lagerhaltung und guter Umweltverträglichkeit in hohem Maße erfüllen. Nachfolgende wässrige Pigmentdispersionen sind scherbeständig, eintrockenbeständig, lagerbeständig, schäumen bei der Applikation nicht oder nur
- 30 wenig und verfügen über eine hervorragende Rheologie.

Gegenstand der Erfindung sind wässrige Pigmentpräparationen, enthaltend
(A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,

- (B) mindestens einen mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylether,
- (C) mindestens ein alkoxyliertes Styrol-Phenol-Kondensat,
- (D) mindestens einen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
- (E) mindestens ein Alkindiol,
- (F) Fette und Öle pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigte und ungesättigte höhere Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salze solcher gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
- (G) gegebenenfalls eine wässrige Acrylatharzlösung,
- (H) gegebenenfalls ein polymeres Kondensationsprodukt aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
- (I) gegebenenfalls einen Sulfobernsteinsäure-Halbester eines Rizinusölalkoxylats,
- (J) gegebenenfalls eine hydrotrope Substanz,
- (K) gegebenenfalls weitere für wässrige Pigmentpräparationen übliche Zusatzstoffe, und
- (L) Wasser.
- Bevorzugte Pigmentpräparationen bestehen im wesentlichen aus
- (A) 5 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 70 Gew.-%, insbesondere 30 bis 50 Gew.-%, mindestens eines organischen und/oder anorganischen Pigments,
- (B) 0,1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, mindestens eines mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylethers,
- (C) 0,1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, mindestens eines alkoxylierten Styrol-Phenol-Kondensats,
- (D) 0,5 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 20 Gew.-%, mindestens eines Polyethylenglykolethers mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
- (E) 0,1 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-%, mindestens eines Alkindiols,

- (F) 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 5 Gew.-%, an Fetten und Ölen pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salzen dieser gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
- 5 (G) 0 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 25 Gew.-%, einer wässrigen Acrylatharzlösung,
- (H) 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 5 Gew.-%, eines polymeren Kondensationsproduktes aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
- 10 (I) 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 8 Gew.-%, mindestens eines Sulfobernsteinsäure-Halbesters eines Rizinusölethoxylats,
- (J) 0 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 20 Gew.-%, mindestens einer hydrotropen Substanz,
- (K) 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 5 Gew.-%, weiterer für wässrige Pigmentpräparationen üblicher Zusatzstoffe und
- 15 (L) 5 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 70 Gew.-%, an Wasser, wobei die Gewichtsprozente jeweils auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation bezogen sind.
- Im Falle dass eine oder mehrere der Komponenten G, H, I, J und K vorhanden
- 20 sind, beträgt deren Minimalkonzentration unabhängig voneinander zweckmäßigerweise mindestens 0,01 Gew.-%, bevorzugt mindestens 0,1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

Die Komponente (A) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation ist ein

25 feinteiliges organisches oder anorganisches Pigment oder ein Gemisch verschiedener organischer und/oder anorganischer Pigmente. Dabei können die Pigmente sowohl in Form trockenen Pulvers als auch als wasserfeuchter Presskuchen eingesetzt werden.

Als organische Pigmente kommen Monoazo-, Disazo-, verlackte Azo-, β -Naphthol-

30 , Naphthol AS-, Benzimidazol-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-Pigmente und polycyclische Pigmente wie z.B. Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthanthron-, Anthrachinon-, Flavanthron-,

Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolinon-, Isoindolin- und Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder Ruße in Betracht.

5 Von den genannten organischen Pigmenten sind diejenigen besonders geeignet, deren anhand eines Blaumaßstabs ermittelte Lichtechtheit mit einer Note größer 5, insbesondere größer 6, beurteilt wird. Zudem sollten die für die Herstellung der Präparationen verwendeten Pigmente möglichst feinteilig sein, wobei bevorzugt 95 % und besonders bevorzugt 99% der Pigmentpartikel eine Teilchengröße ≤ 500 nm besitzen. In Abhängigkeit vom verwendeten Pigment kann sich die
10 Morphologie der Pigmentteilchen sehr stark unterscheiden, und dementsprechend kann auch das Viskositätsverhalten der Pigmentpräparationen in Abhängigkeit von der Teilchenform sehr unterschiedlich sein. Um ein ideales, newton'sches Viskositätsverhalten der Präparationen zu erhalten, sollten die Teilchen bevorzugt eine kugelförmige bis würfelförmige (mit abgeflachten Ecken) Gestalt besitzen.

15

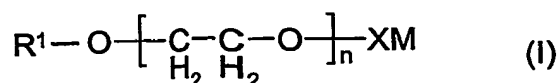
Als beispielhafte Auswahl besonders bevorzugter organischer Pigmente sind dabei Rußpigmente, wie z.B. Gas- oder Furnaceruße; Monoazo- und Disazopigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 14,
20 Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73, Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 155, Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 213, Pigment Yellow 214, Pigment Red 38, Pigment
25 Red 144, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 262, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 274, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34 oder Pigment Brown 41; β -Naphthol- und Naphthol AS-Pigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 2, Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red
30 53:1, Pigment Red 112, Pigment Red 146, Pigment Red 147, Pigment Red 170, Pigment Red 184, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 210, Pigment Red 247, Pigment Red 253, Pigment Red 256, Pigment Orange 5, Pigment Orange 38 oder Pigment Brown 1; verlackte Azo- und

Metallkomplexpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 57:1, Pigment Red 257, Pigment Orange 68 oder Pigment Orange 70; Benzimidazolinpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow 194, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 185, Pigment Red 208, Pigment Violet 32, Pigment Orange 36, Pigment Orange 62, Pigment Orange 72 oder Pigment Brown 25; Isoindolinon- und Isoindolinpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 139 oder Pigment Yellow 173; Phthalocyaninpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Blue 15, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:6, Pigment Blue 16, Pigment Green 7 oder Pigment Green 36; Anthanthron-, Anthrachinon-, Chinacridon-, Dioxazin-, Indanthron-, Perylen-, Perinon- und Thioindigopigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 196, Pigment Red 122, Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 207, Pigment Red 209, Pigment Red 263, Pigment Blue 60, Pigment Violet 19, Pigment Violet 23 oder Pigment Orange 43; Triarylcarboniumpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 169, Pigment Blue 56 oder Pigment Blue 61; Diketopyrrolopyrrolpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 254 zu nennen.

Geeignete anorganische Pigmente sind beispielsweise Titandioxide, Zinksulfide, Eisenoxide, Chromoxide, Ultramarin, Nickel- oder Chromantimontitanoxide, Cobaltoxide, Mischoxide des Cobalts und Aluminiums, Bismutvanadate sowie Verschnittpigmente.

Anstelle von Pigmentdispersionen lassen sich auch Dispersionen herstellen, die als Feststoffe beispielsweise feinteilige Erze, Mineralien, schwer- oder unlösliche Salze, Wachs- oder Kunststoffteilchen, Farbstoffe, Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmittel, UV-Absorber, optische Aufheller und Polymerisationsstabilisatoren enthalten.

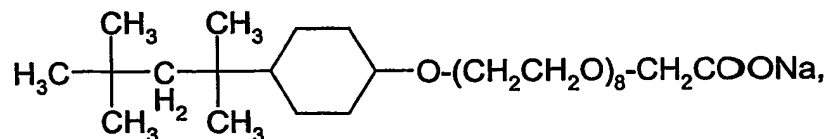
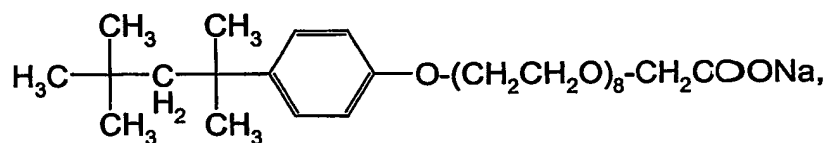
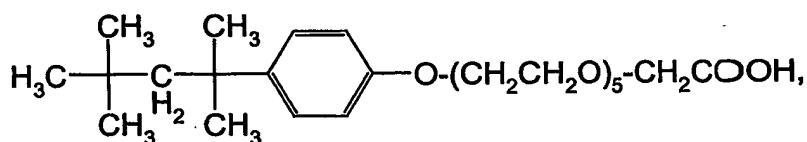
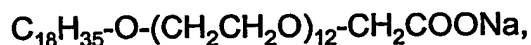
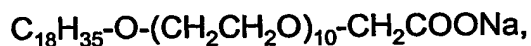
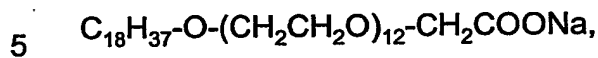
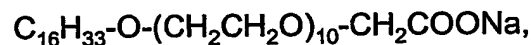
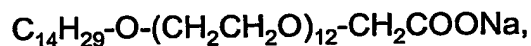
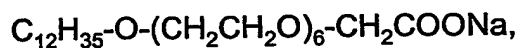
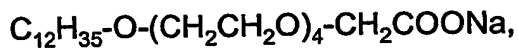
Als Komponente (B) kommen bevorzugt Verbindungen der Formel (I) infrage:



worin

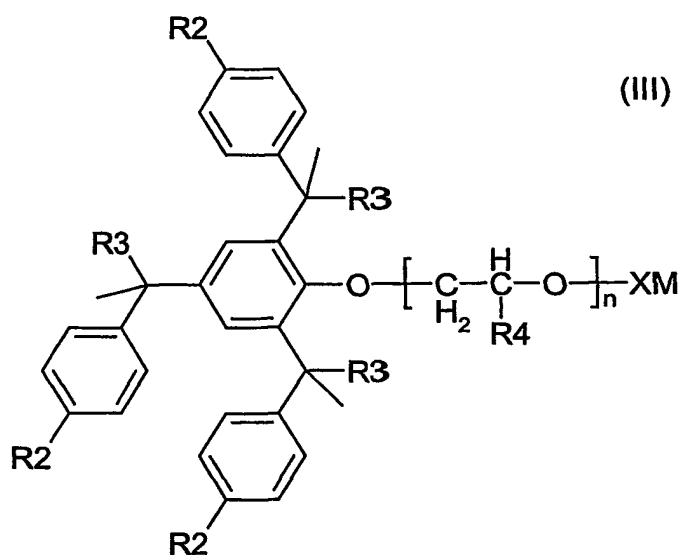
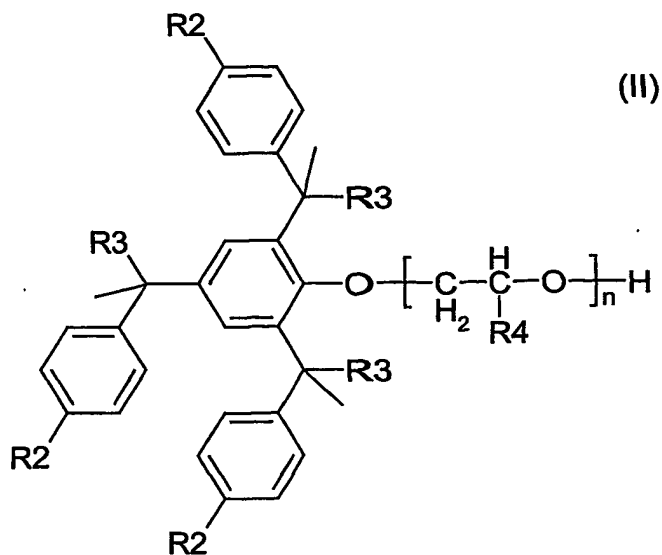
- R¹** ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C₁-C₂₀-Alkyl- oder C₃-C₂₀-Cycloalkylrest oder ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C₂-C₂₀-Alkenyl- oder C₃-C₂₀-Cycloalkenylrest, wobei die Substituenten 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Aryl, Aryl(C₁-C₂₀)alkyl, C₅-C₆-Cycloalkyl, Hetaryl, Hetaryl(C₁-C₂₀)alkyl oder C₁-C₂₀-Alkoxy sind,
- n** eine Zahl von 1 bis 100, bevorzugt 2 bis 35,
- X** SO₃⁻, SO₂⁻, CH₂COO⁻, PO₃²⁻ oder PO₃M⁻, und
- M** H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH₄⁺, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion, oder eine Kombination davon, bedeuten.
- Unter „Aryl“ versteht man hierbei sowie auch bei den nachstehenden Definitionen einen aromatischen Rest, der bevorzugt 6 bis 15 C-Atome enthält. Beispiele hierfür sind Phenyl, Naphthyl, Anthryl und Phenanthryl. Unter „Hetaryl“ versteht man dabei sowie auch in den nachstehenden Definitionen einen aromatischen Rest, der bevorzugt neben 1 bis 10 C-Atomen 1, 2, 3 oder 4 Heteroatome aus der Gruppe O, N, S oder P enthält. Beispiele hierfür sind Pyrrolyl, Furyl, Thiophenyl, Indolyl, Isoindolyl, Indolizinyll, Benzofuryl, Benzothiophenyl, Pyrazolyl, Imidazolyl, Oxazolyl, Isoxazolyl, Thiazolyl, Isothiazolyl, Triazolyl, Tetrazolyl, Pyridyl, Chinolinyll, Isochinolinyll, Pyridazinyll, Pyrimidinyl, Pyrazinyll und Triazinyl.
- In besonders bevorzugten Verbindungen der Formel (I) bedeutet R¹ C₁₂-C₁₈-Alkyl (verzweigt oder unverzweigt) oder C₁₂-C₁₈-Alkenyl (verzweigt oder unverzweigt), die durch 1, 2, 3 oder 4 Substituenten aus der Gruppe Halogen, wie z.B. F, Cl oder Br, Aryl, Aryl(C₁-C₄)alkyl, Hetaryl, Hetaryl(C₁-C₄)alkyl oder C₁-C₄-Alkoxy substituiert sein können, X ist vorzugsweise CH₂COO⁻ und M ist vorzugsweise H⁺, Li⁺, Na⁺, K⁺, NH₄⁺, HO-CH₂-CH₂-NH₃⁺, (HO-CH₂-CH₂)₂NH₂⁺ oder (HO-CH₂-CH₂)₃NH⁺.

Beispiele für Verbindungen der Formel (I) sind:



10 Derartige Verbindungen sind aus CH-A-324 665 und CH-A-283 986 bekannt.

Als Komponente (C) kommen bevorzugt alkoxylierte Styrol-Phenol-Kondensate der Formel (II) oder (III) oder deren Gemische in Betracht:



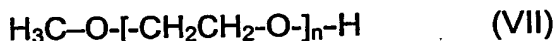
worin

- 5 R^2 H, ein verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_2 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest, bevorzugt H oder ein C_1 - C_4 -Alkylrest,
- R^3 und R^4 unabhängig voneinander H, ein verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter
- 10 C_2 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest, bevorzugt H oder CH_3 ,
- n eine Zahl von 1 bis 100, vorzugsweise von 10 bis 60,
- X $CO-R^5-COO^-$, SO_3^- , SO_2^- , PO_3^{2-} oder PO_3M^- ,
- R^5 ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter

C₁-C₂₀-Alkylenrest, ein substituierter, unsubstituierter oder verzweigter oder unverzweigter C₁-C₂₀-Alkenylenrest, oder ein substituierter oder unsubstituierter Arylenrest, wobei die Substituenten bevorzugt 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Hydroxy, C₁-C₄-Alkoxy, Nitro, Cyano, Carboxy, Amino oder Sulfo sind, bevorzugt CH=CH, CH(SO₃M)-CH₂ oder CH₂-CH(SO₃M), und

M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH₄⁺, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion bedeuten, vorzugsweise H⁺, Li⁺, Na⁺, K⁺, NH₄⁺, HO-CH₂-CH₂-NH₃⁺, (HO-CH₂-CH₂)₂NH₂⁺ oder (HO-CH₂-CH₂)₃NH⁺.

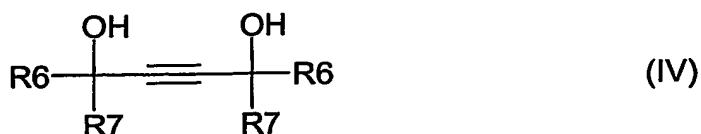
Derartige Verbindungen sind beispielsweise aus DE-A-197 12 486 bekannt. Der Komponente (D) entsprechen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol, vorzugsweise von 200 bis 800 g/mol, besonders bevorzugt von 200 bis 600 g/mol. Eine besonders bevorzugte Verbindung ist ein α-Methyl-ω-hydroxy-polyethylenglykolether der Formel (VII):

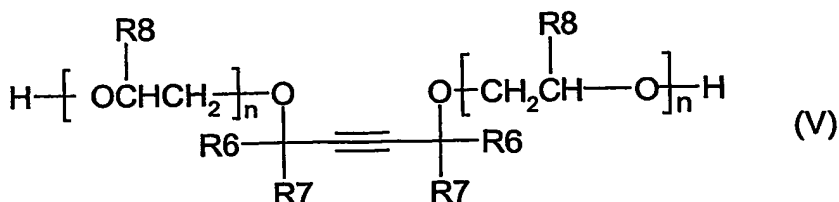


mit n = 9 bis 22 (Durchschnitt).

Der bevorzugte α-Methyl-ω-hydroxy-polyethylenglykolether im Sinne der vorliegenden Erfindung kann noch Anteile von nichtmethyliertem Polyglykolether enthalten. Derartige Produkte sind kommerziell erhältlich und sind beispielsweise aus DE-A-101 33 641 bekannt.

Als Komponente (E) eignen sich Verbindungen der Formel (IV) oder (V) oder deren Gemische:



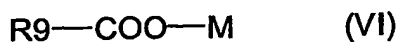


worin

- 5 R^6 unabhängig voneinander H oder ein verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_4 -Alkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_2 - C_4 -Alkenylrest, bevorzugt CH_3 ,
- R^7 unabhängig voneinander ein verzweigter oder unverzweigter C_3 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_3 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest, bevorzugt ein C_3 - C_7 -Alkylrest,
- 10 R^8 unabhängig voneinander H, ein verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_2 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest, bevorzugt H und CH_3 ,
- n eine Zahl von 1 bis 100, bevorzugt 4 bis 40, ist.
- 15 Verbindungen dieser Art sind kommerziell als Entschäumer-Formulierungen erhältlich.

Unter den Fetten und Ölen pflanzlicher und tierischer Herkunft der Komponente (F) ist besonders Rindertalg, Palmkernfett, Kokosfett, Rapsöl, Sonnenblumenöl,

- 20 Leinöl, Palmöl, Sojaöl, Erdnussöl und Walöl bevorzugt. Weiterhin wird auch
Baumwollsaatöl, Maisöl, Mohnöl, Olivenöl, Rizinusöl, Rüböl, Safloröl,
Sojabohnenöl, Sonnenblumenöl, Heringöl, Sardinenöl verwendet. Den gesättigten
und ungesättigten höheren Fettsäuren und den Salzen der gesättigten und
ungesättigten höheren Fettsäuren der Komponente (F) entsprechen Verbindungen
25 der Formel (VI):



worin

- 30 R⁹ ein verzweigter oder unverzweigter C₇-C₂₉-Alkyl- oder ein verzweigter oder unverzweigter C₇-C₂₉-Alkenyl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C₇-

C₂₉-Alkdiényl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C₇-C₂₉-Alktrienyl-Rest und

M H, ein einwertiges Metallkation, NH₄⁺, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion bedeuten.

- 5 Besonders bevorzugt sind: Palmitinsäure, Cypriylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure, Linolensäure, Capronsäure, Caprylsäure, Arachinsäure, Behensäure, Palmitoleinsäure, Gadoleinsäure, Erucasäure und Ricinolsäure.
- 10 Die Komponente (G) ist eine wässrige, vorzugsweise 5 bis 40 gew.-%ige, Acrylatharzlösung aus gelösten Polyacrylaten, die mit Hilfe von Basen durch Neutralisation der vinylischen Säurebausteine in Lösung gebracht wurden. Die hierzu verwendeten Polyacrylate stellen Copolymere dar, die im wesentlichen aus 30 bis 80 Mol-% Monoalkylenaromaten und 20 bis 70 Mol-% Acryl- und/oder
- 15 Methacrylsäuren und/oder Estern der Acryl- und/oder Methacrylsäure bestehen. Die verwendeten Polyacrylate weisen zahlenmittlere Molmassen M_n zwischen 1000 und 100000 g/mol, vorzugsweise 2000 bis 50000 g/mol, auf. Derartige wässrige Acrylatharzlösung aus gelösten Polyacrylaten sind beispielsweise aus DE-A-101 35 140 bekannt.

20

Die zur Herstellung dieser Polyacrylate verwendeten Monoalkylenaromaten können Styrol, α-Methylstyrol, Divinylbenzol und Vinyltoluol oder Gemische aus diesen sein. Die zu den Acryl- und/oder Methacrylsäuren und/oder Estern der Acryl- und/oder Methacrylsäure zählenden Monomere können aus mindestens

25 einem der folgenden Monomere bestehen: Acrylsäure, Methacrylsäure, Itaconsäure, Methylacrylat, Ethylacrylat, n-Propylacrylat, n-Butylacrylat, Isopropylacrylat, Isobutylacrylat, n-Amylacrylat, n-Hexylacrylat, Isoamylacrylat, 2-Hydroxyethylacrylat, 2-Hydroxypropylacrylat, N,N-Dimethylaminoethylacrylat, N,N-Diethylamino-ethylacrylat, N,N-Dimethylaminopropylacrylat,

30 N,N-Diethylaminopropylacrylat, t-Butylaminoethylacrylat, 2-Sulfoethylacrylat, Trifluorethylacrylat, Glycidylacrylat, Benzylacrylat, Allylacrylat, 2-n-Butoxyethylacrylat, 2-Chlorethylacrylat, sec.-Butylacrylat, tert.-Butylacrylat,

- 2-Ethylbutylacrylat, Cinnamylacrylat, Crotylacrylat, Cyclohexylacrylat,
Cyclopentylacrylat, 2-Ethoxyethylacrylat, Furfurylacrylat,
Hexafluorisopropylacrylat, Methallylacrylat, 3-Methoxybutylacrylat,
2-Methoxybutyl-acrylat, 2-Nitro-2-methylpropylacrylat, n-Hexylacrylat,
5 n-Octylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Phenoxyethylacrylat, 2-Phenylethylacrylat,
Phenylethylacrylat, Propargylacrylat, Tetrahydrofurfurylacrylat,
Tetrahydropyranylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylmethacrylat,
n-Propylmethacrylat, n-Butylmethacrylat, Isopropylmethacrylat,
Isobutylmethacrylat, n-Amylmethacrylat, n-Hexylmethacrylat, Isoamylmethacrylat,
10 2-Hydroxyethylmethacrylat, 2-Hydroxypropylmethacrylat,
N,N-Dimethylaminoethylmethacrylat, N,N-Diethylaminoethylmethacrylat,
N,N-Dimethylaminopropylmethacrylat, N,N-Diethylaminopropylmethacrylat,
t-Butylaminoethylmethacrylat, 2-Sulfoethylmethacrylat, Trifluorethylmethacrylat,
Glycidylmethacrylat, Benzylmethacrylat, Allylmethacrylat, 2-n-Butoxyethyl-
15 methacrylat, 2-Chlorethylmethacrylat, sec.-Butylmethacrylat, tert.-
Butylmethacrylat, 2-Ethylbutylmethacrylat, Cinnamylmethacrylat,
Crotylmethacrylat, Cyclohexylmethacrylat, Cyclopentylmethacrylat,
2-Ethoxyethylmethacrylat, Furfurylmethacrylat, Hexafluorisopropylmethacrylat,
Methallylmethacrylat, 3-Methoxybutylmethacrylat, 2-Methoxybutylmethacrylat,
20 2-Nitro-2-methylpropylmethacrylat, n-Hexylmethacrylat, n-Octylmethacrylat,
2-Ethylhexyl-methacrylat, 2-Phenoxyethylmethacrylat, 2-Phenylethylmethacrylat,
Phenylethylmethacrylat, Propargylmethacrylat, Tetrahydrofurfurylmethacrylat,
Tetrahydropyranylmethacrylat.
- 25 Als Komponente (H) besonders bevorzugt ist das polymere Kondensationsprodukt
des Natriumsalzes von 2-Naphthalensulfonsäure mit Formaldehyd. Derartige
polymere Kondensationsprodukte aus aromatischen Sulfonsäuren und
Formaldehyd bzw. deren Salzen sind z.B. aus EP-B-1 165 696 bekannt.
- 30 Die Komponente (I) ist vorzugsweise ein Sulfobernsteinsäure-Halbestер eines
Rizinusölethoxylats und/oder -propoxylats, bzw. dessen Natrium Salz.
Verbindungen dieser Art sind aus EP-A-0 582 928 bekannt.

Der Komponente (J) entsprechen hydrotrope Substanzen. Solche Verbindungen, die gegebenenfalls auch als Lösungsmittel dienen, können beispielsweise Formamid, Harnstoff, Tetramethylharnstoff, ϵ -Caprolactam, Ethylenglykol, Propylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Polyethylenglykol, Butylglykol, Methylcellosolve, Glycerin, N-Methylpyrrolidon, 1,3-Diethyl-2-imidazolidinon, Thiodiglykol, Natrium-Benzolsulfonat, Natrium-Xyloisulfonat, Natrium-Toluolsulfonat, Natrium-Cumolsulfonat, Natrium-Dodecylsulfonat, Natrium-Benzoat, Natrium-Salicylat oder Natrium-Butylmonoglykolsulfat sein.

- 10 Als übliche Zusatzstoffe (Komponente K) kommen weitere kationische, anionische, amphotere oder nicht ionogene Tenside und die Pigmentbenetzung fördernde Substanzen (Netzmittel), sowie Antiabsetzmittel, Konservierungsstoffe, Lichtschutzmittel, Antioxidantien, Entgaser/Entschäumer, schaumreduzierende Mittel, Füllstoffe, Mahlhilfsmittel, Viskositätsstabilisatoren und Additive, welche die Rheologie günstig beeinflussen, in Betracht. Als Mittel zur Regulierung der Viskosität kommen z.B. Polyvinylalkohol und Cellulosederivate infrage. Wasserlösliche natürliche oder künstliche Harze sowie Polymere als Filmbildner bzw. Bindemittel zur Erhöhung von Haft- und Abriebfestigkeit kommen ebenso in Betracht. Als pH-Regulatoren kommen organische oder anorganische Basen und Säuren zum Einsatz. Bevorzugte organische Basen sind Amine, wie z.B. Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, N,N-Dimethylethanolamin, Diisopropylamin, Aminomethylpropanol oder Dimethylaminomethylpropanol. Bevorzugte anorganische Basen sind Natrium-, Kalium-, Lithiumhydroxid oder Ammoniak.

25

Zur Herstellung der Pigmentpräparationen benutztes Wasser, Komponente (L), wird vorzugsweise in Form von destilliertem oder entsalztem Wasser eingesetzt. Auch Trinkwasser (Leitungswasser) und/oder Wasser natürlichen Ursprungs kann eingesetzt werden.

30

Die erfindungsmäßigen Pigmentpräparationen sind in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar, wobei sich auch mehrere unterschiedliche Präparationen mit Wasser mischen lassen. Sie zeichnen sich gegenüber herkömmlichen

Pigmentpräparationen zur Papiermassefärbung durch eine hervorragende Scherstabilität aus. Selbst bei starker Scherung des Anwendungsmediums in der Papiermaschine kommt es zu keinem oder nur einem geringen Farbstärkeabfall von maximal 4%. Zusätzlich verfügen die erfindungsmäßigen

- 5 Pigmentpräparationen über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknen zu einem homogenen elastischen Film, der nicht in die Dispersion abblättert. Somit kommt es auch nicht zu einer Streifen- und Stippenbildung bei der Applikation. Die Pigmentpräparationen besitzen eine gute Lagerbeständigkeit und weisen eine sehr geringe Agglomerations- und Sedimentationsneigung auf. Besonders zu
- 10 betonen ist, dass die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen bei der Applikation in der Papiermaschine keinen oder nur sehr wenig Schaum erzeugen. Ferner ist bei diesen Pigmentdispersionen während der Applikation eine sehr gute Retention und Penetration sichergestellt. Die Pigmentpräparationen verfügen über hohe Farbstärke, definierte Farbtöne, hohe Licht- und Ausblutechtheit und niedrige
- 15 Viskosität mit guten rheologischen Eigenschaften und annähernd newton'schem Fließverhalten.

- Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen, dadurch gekennzeichnet, dass man
- 20 die Komponente (A) in Form von Pulver, Granulat oder wässrigem Presskuchen in Gegenwart von Wasser (L) sowie der Komponenten (B), (C), (D), (E) und (F) in an sich üblicher Weise dispergiert, anschließend gegebenenfalls Wasser (L), sowie gegebenenfalls (G) und/oder (H) und/oder (I) und/oder (J) und/oder (K) zumischt und die erhaltende wässrige Pigmentdispersion mit Wasser auf die gewünschte
- 25 Konzentration einstellt. Vorzugsweise werden die Komponenten (B), (C), (D), (E), (F), (L) und gegebenenfalls (G) und/oder (H) und/oder (I) und/oder (J) und/oder (K) zunächst vermischt und homogenisiert, dann die Komponente (A) in die vorgelegte Mischung eingerührt, wobei das Pigment angeteigt und vordispergiert wird. Je nach Kornhärte der eingesetzten Pigmente wird anschließend
- 30 gegebenenfalls unter Kühlung mit Hilfe eines Mahl- oder Dispergieraggregats feindispergiert oder feinverteilt. Dazu können Rührwerke, Dissolver (Sägezahnührer), Rotor-Stator-Mühlen, Kugelmühlen, Rührwerkskugelmühlen wie Sand- und Perlmühlen, Schnellmischer, Knetapparaturen, Walzenstühle oder

Hochleistungspferlmühlen verwendet werden. Die Feindispergierung bzw. Mahlung der Pigmente erfolgt bis zur gewünschten Teilchengrößenverteilung und kann bei Temperaturen im Bereich von 0 bis 100°C erfolgen, zweckmäßig bei einer Temperatur zwischen 10 und 70°C, vorzugsweise bei 20 bis 60°C. Im Anschluss an die Feindispergierung kann die Pigmentpräparation mit Wasser, vorzugsweise entionisiertem oder destilliertem Wasser, weiter verdünnt werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen eignen sich zum Pigmentieren und Färben von makromolekularen Materialien aller Art, z.B. von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, bevorzugt Cellulosefasern, insbesondere zur Papiermassefärbung, besonders für die Lamineinfärbung.

Ferner eignen sich die erfindungsgemäßen Pigmentpräparation zur Pigmentierung bzw. Herstellung von Anstrich- und Dispersionsfarben, Dispersionslacken, Druckfarben, hierbei beispielsweise Textildruck-, Flexodruck-, Dekordruck- oder Tiefdruckfarben, Tapetenfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Holzschutzsystemen, Viskose-Spinnfärbungen, Lacken, Wurstdärmen, Saatgut, Düngemittel, Glasflaschen, sowie zur Massefärbung von Dachziegeln, zur Einfärbung für Putze, Holzbeizen, Buntstiftminen, Faserschreiber, Wachse, Paraffine, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmittel, Schuhpflegemittel, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen bzw. hochmolekularen Materialien. Hochmolekulare organische Materialien sind beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetat oder Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunstharze, wie Polymerisationsharze oder Kondensationsharze, z.B. Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Phenoplaste, Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen, Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyacrylsäureester, Polyamide, Polyurethane oder Polyester, Gummi, Casein, Latices, Silikon, Silikonharze, einzeln oder in Mischung.

Weiterhin eignen sich die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zur Herstellung von Drucktinten für den Einsatz in allen konventionellen Ink-Jet-

Druckern, insbesondere für solche, die auf dem Bubble-Jet- oder Piezo-Verfahren beruhen. Mit diesen Drucktinten kann Papier bedruckt werden, sowie natürliche oder synthetische Fasermaterialien, Folien und Kunststoffe. Zudem können die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zum Bedrucken verschiedenster Arten von beschichteten oder unbeschichteten Substratmaterialien verwendet werden, so z.B. zum Bedrucken von Pappe, Karton, Holz und Holzwerkstoffen, metallischen Materialien, Halbleitermaterialien, keramischen Materialien, Gläsern, Glas- und Keramikfasern, anorganischen Werkstoffen, Beton, Leder, Lebensmitteln, Kosmetika, Haut und Haaren. Das Substratmaterial kann dabei zweidimensional eben oder räumlich ausgedehnt, d.h. dreidimensional gestaltet sein und sowohl vollständig oder nur teilweise bedruckt oder beschichtet werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen sind außerdem geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z.B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertонера (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Latextoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner. Typische Tonerbindemittel hierbei sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-, Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im Nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

Ferner sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen außerdem geeignet als Farbmittel in Pulver und Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen. Als Pulverlackharze werden hier typischerweise Epoxidharze, carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige Polyesterharze, Polyurethan- und Acrylharze zusammen mit üblichen Härtern eingesetzt. Auch Kombinationen von Harzen finden Verwendung. So werden beispielsweise häufig Epoxidharze in Kombination mit

- carboxyl- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharzen eingesetzt. Typische Härterkomponenten (in Abhängigkeit vom Harzsystem) sind beispielsweise Säureanhydride, Imidazole sowie Dicyandiamid und deren Abkömmlinge, verkappte Isocyanate, Bisacylurethane, Phenol- und Melaminharze,
- 5 Triglycidylisocyanurate, Oxazoline und Dicarbonsäuren.

- Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen als Farbmittel in Tinten, vorzugsweise Ink-Jet Tinten, wie z.B. auf wässriger oder nichtwässriger Basis ("Solvent Based"), Mikroemulsionstinten, UV-härtbare Tinten sowie in
- 10 solchen Tinten, die nach dem Hot-Melt-Verfahren funktionieren, geeignet. Ink-Jet-Tinten enthalten im allgemeinen insgesamt 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, (trocken gerechnet) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation. Mikroemulsionstinten basieren auf organischen Lösemitteln, Wasser und ggf. einer zusätzlichen hydrotropen Substanz (Grenzflächenvermittler).
- 15 Mikroemulsionstinten enthalten 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation, 5 bis 99 Gew.-% Wasser und 0,5 bis 94,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindung. "Solvent Based" Ink-Jet-Tinten enthalten vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation, 85 bis 99,5 Gew.-%
- 20 organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindungen. UV-härtbare Tinten enthalten im wesentlichen 0,5 bis 30 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation, 0,5 bis 95 Gew.-% Wasser, 0,5 bis 95 Gew.-% eines organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches, 0,5 bis 50 Gew.-% eines strahlungshärtbaren Bindemittels und gegebenenfalls 0 bis 10 Gew.-% eines
- 25 Photoinitiators. Hot-Melt-Tinten basieren meist auf Wachsen, Fettsäuren, Fettalkoholen oder Sulfonamiden, die bei Raumtemperatur fest sind und bei Erwärmen flüssig werden, wobei der bevorzugte Schmelzbereich zwischen ca. 60°C und ca. 140°C liegt. Hot-Melt-Ink-Jet-Tinten bestehen z.B. im wesentlichen aus 20 bis 90 Gew.-% Wachs und 1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen
- 30 Pigmentpräparation. Weiterhin können 0 bis 20 Gew.-% eines zusätzlichen Polymers (als „Farbstofflöser“), 0 bis 5 Gew.-% Dispergierhilfsmittel, 0 bis 20 Gew.-% Viskositätsveränderer, 0 bis 20 Gew.-% Plastifizierer, 0 bis 10 Gew.-%

Klebrigkeitszusatz, 0 bis 10 Gew.-% Transparenzstabilisator (verhindert z.B. Kristallisation der Wachse) sowie 0 bis 2 Gew.-% Antioxidans enthalten sein.

5 Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen auch geeignet als Farbmittel für Farbfilter („Colour Filter“) für „Flat Panel Displays“, sowohl für die additive wie für die subtraktive Farberzeugung, ferner für „Photo-Resists“, sowie als Farbmittel für elektronische Tinten („Electronic Inks“ bzw. „e-inks“) oder elektronisches Papier („Electronic Paper“ bzw. „e-paper“).

10 Die Bestimmung der Farbstärke und des Farbtons erfolgte nach DIN 55986. Die Bestimmung des Schaumvermögens erfolgte nach DIN 53902. Ferner wurde die Bestimmung des Schaumverhaltens nach einer internen Methode durchgeführt, um hohe Fließgeschwindigkeiten der Dispersionen zu simulieren. Dazu wurden die Dispersionen mittels einer Schlauchpumpe mit hoher Fließgeschwindigkeit
15 kontinuierlich in einen Glaszylinder gespritzt. Außerdem wurde das Schaumvermögen mit Hilfe eines Schaummessgeräts der Firma Sita (Sita Foam Tester R-2000) ermittelt.

Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen wurde durch eine interne Messmethode ermittelt. Dazu wurden mit Hilfe kationischer Epichlorhydrinharze
20 die anionisch geladenen Pigmente in einer Zellstoffsuspension geflockt (Simulation der Pulpe). Die Scherung wurde mit Hilfe eines handelsüblichen Küchenmixers (hier Braun MX 32) unter Einstellung einer hohen Rotationsgeschwindigkeit durchgeführt. Nachfolgend wurde aus der Pulpe Papier hergestellt und die Farbstärke einer gescherten zu einer ungescherten Dispersion
25 verglichen.

Die Beurteilung der Eintrockenbeständigkeit erfolgte, indem die Pigmentpräparation mit einem 200 µm Rakel auf eine Polyester-Klarsichtfolie aufgezogen und klimatisiert gelagert wurde. Nach wenigen Minuten, einer halben Stunde, einem Tag, drei und sieben Tagen wurde eine Bestimmung der
30 Eintrocknung vorgenommen.

Die Viskosität wurde mit einem Kegel-Platte-Viskosimeter (Roto Visco 1) der Firma Haake bei 20°C bestimmt (Titankegel: Ø 60 mm, 1°), wobei die Abhängigkeit der Viskosität von dem Schergefälle in einem Bereich zwischen 0

und 200 s^{-1} untersucht wurde. Die Viskositäten wurden bei einem Schergefälle von 60 s^{-1} gemessen. Für eine Beurteilung der Lagerstabilität der Dispersionen wurde die Viskosität direkt nach der Herstellung der Präparation gemessen, sowie nach vierwöchiger Lagerung bei 50°C und nach Lagerung in einer Klimakammer mit

5 $< 0^\circ\text{C}$.

Beispiele

Herstellung einer Pigmentpräparation

10

Das Pigment wurde, entweder als Pulver, Granulat oder als Presskuchen, zusammen mit den Dispergiermitteln und den anderen Zusätzen in entionisiertem Wasser angeteigt und dann mit einem Dissolver (z.B. von der Firma VMA-Getzmann GmbH, Type AE3-M1) oder einer anderen geeigneten Apparatur

15 homogenisiert und vordispersiert. Die anschließende Feindispersierung erfolgte mit Hilfe einer Perlmühle (z.B. mit AE3-M1 von VMA-Getzmann) oder aber einem anderen geeigneten Dispergieraggregat, wobei die Mahlung mit Siliciumdioxidperlen oder Zirkonmischoxidperlen der Größe $d = 1 \text{ mm}$ unter Kühlung bis zur gewünschten Farbstärke und Coloristik erfolgte. Im Anschluss wurde die

20 Dispersion mit entionisiertem Wasser auf die gewünschte Pigmentendkonzentration eingestellt, die Mahlkörper abgetrennt und die Pigmentpräparation isoliert.

Die in den folgenden Beispielen beschriebenen Pigmentpräparationen wurden

25 nach dem zuvor beschriebenen Verfahren hergestellt, wobei die folgenden Bestandteile in den angegebenen Mengen so verwendet wurden, dass 100 Teile der jeweiligen Pigmentpräparation entstehen. In den nachfolgenden Beispielen bedeuten Teile Gewichtsteile.

30

Beispiel 1

35 Teile	C.I. Pigment Red 176 (Komponente A),
3 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = \text{C}_{18}\text{H}_{35}$, $n = 8$, $X = \text{CH}_2\text{COO}^-$,

		M = Na ⁺ (Komponente B),
2,4 Teile		Dispergiermittel der Formel (II) mit R ² , R ³ , R ⁴ = H, n = 29 (Durchschnitt) (Komponente C),
5 Teile		Polyethylenglykoether der Formel (VII) mit n = 10 (Durchschnitt) (Komponente D),
5		
0,5 Teile		Verbindung der Formel (IV) mit R ⁶ = CH ₃ , R ⁷ = C ₅ H ₁₁ (Komponente E),
1 Teil		Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, 10 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure (Komponente F),
2 Teile		Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd (Komponente H),
0,2 Teile		Konservierungsmittel
15	Rest	Wasser.

- Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die
- 20 Präparation als schaumfrei zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr geringen Schaumbildung. Das mit Hilfe des Sita Foam Tester R-2000 determinierte Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als sehr gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit sehr gut zu bewerten. Eine
- 25 gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 1 % an Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 15 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer
- 30 Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

Vergleichsbeispiel 1a (ohne Komponente F)

	35 Teile	C.I. Pigment Red 176 (Komponente A),
	3 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, M = Na^+ (Komponente B),
5	2,4 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$ (Durchschnitt) (Komponente C),
	5 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt) (Komponente D),
10	0,5 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$ (Komponente E),
	2 Teile	Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2- Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd (Komponente H),
	0,2 Teile	Konservierungsmittel,
15	Rest	Wasser.

Nach DIN 53902 schäumt die Präparation mäßig. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer hohen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als sehr stark ausgeprägt.

Beispiel 2

	45 Teile	C.I. Pigment Blue 15:3 (Komponente A),
25	1,5 Teile	Dispergiermittel der Formel(I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, M = Na^+ (Komponente B),
	4 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$ (Durchschnitt) (Komponente C),
30	8 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt) (Komponente D),

0,5 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$ (Komponente E),
0,1 Teil	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, 5 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure (Komponente F),
2,5 Teile	Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd (Komponente H),
0,9 Teile	Konservierungsmittel,
10 Rest	Wasser.

Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die

15 Präparation als schaumfrei zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr geringen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als sehr gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit sehr gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde,

20 verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 3% an Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine gute Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 10 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

25

Vergleichsbeispiel 2a (ohne Komponente C)

45 Teile	C.I. Pigment Blue 15:3,
5,5 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, 30 $M = Na^+$ (Komponente B),
8 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt) (Komponente D),

- 0,5 Teile Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
 0,1 Teile Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend
 der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,
 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,
 5 Linolsäure und Linolensäure,
 2,5 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus
 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,
 0,9 Teile Konservierungsmittel,
 Rest Wasser.
- 10 Die Lagerstabilität ist schlecht, da die Dispersion während der vierwöchigen
 Lagerung bei 50°C fest wird.
- Beispiel 3
- 15 42 Teile C.I. Pigment Red 170,
 1,5 Teile Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$,
 $M = Na^+$ (Komponente B),
 4,5 Teile Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$
 20 (Durchschnitt),
 5 Teile Polyethylenglykoether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
 0,5 Teile Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
 0,2 Teile Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend
 der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,
 25 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,
 Linolsäure und Linolensäure,
 0,2 Teile Konservierungsmittel,
 Rest Wasser.
- 30 Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie
 erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der
 Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die
 Präparation als gering schäumend zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels

Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer geringen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit sehr gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 1% an Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 20 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

10

Vergleichsbeispiel 3a (ohne Komponente D)

	42 Teile	C.I. Pigment Red 170,
	1,5 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, M = Na^+ (Komponente B),
15	4,5 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 2$ (Durchschnitt),
	5 Teile	Ethylenglykol,
	0,5 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
20	0,2 Teile	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure,
	0,2 Teile	Konservierungsmittel,
25	Rest	Wasser.

Bei dieser Pigmentpräparation ist die Eintrockenbeständigkeit schlecht. Die Dispersion trocknet innerhalb von 10 Minuten ein und bröckelt spröde vom Trägermaterial ab.

Beispiel 4

	40 Teile	C.I. Pigment Yellow 16,
	3 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, 5 $M = Na^+$ (Komponente B),
	2,5 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 20$ (Durchschnitt),
	5 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
	0,5 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
10	0,1 Teile	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure,
	0,2 Teile	Konservierungsmittel,
15	Rest	Wasser.

Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit einem reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die

20 Präparation als schaumfrei zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu keiner Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation ist gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung 3% an

25 Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 20 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der nicht vom Träger abgeplatzt ist.

Vergleichsbeispiel 4a (ohne Komponente B)

5	40 Teile	C.I. Pigment Yellow 16,
	3 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H, n = 20$
		(Durchschnitt),
	2,5 Teile	Dispergiermittel der Formel (III) mit $R^2, R^3, R^4 = H, n = 20$
		(Durchschnitt), $X = PO_3M^-$, $M = (HO-CH_2-CH_2)_3NH^+$,
10	5 Teile	Polyethylenglykoether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
	0,5 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3, R^7 = C_5H_{11}$,
	0,1 Teile	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend
		der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure,
15		Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,
		Linolsäure und Linolensäure,
	0,2 Teile	Konservierungsmittel,
	Rest	Wasser.

Verglichen mit dem Beispiel 4 ist die Scherbeständigkeit schlecht. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung 15% an Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe.

20

Beispiel 5

25	48 Teile	C.I. Pigment Red 112,
	2,2 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}, n = 8, X = CH_2COO^-$,
		$M = Na^+$ (Komponente B),
	4,4 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H, n = 29$
30		(Durchschnitt),
	5 Teile	Polyethylenglykoether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
	1 Teil	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3, R^7 = C_5H_{11}$,
	1 Teil	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend
		der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure,
		Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,
		Linolsäure und Linolensäure,

5 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus
 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,
 0,2 Teile Konservierungsmittel,
 Rest Wasser.

5

Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 verfügt die Präparation über eine geringe Schaumentwicklung. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer geringen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als verhältnismäßig gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 2% an Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 30 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

20 Vergleichsbeispiel 5a (ohne Komponente E)

48 Teile C.I. Pigment Red 112,
 2,2 Teile Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$,
 $M = Na^+$ (Komponente B),
 25 4,4 Teile Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$
 (Durchschnitt),
 5 Teile Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
 1 Teil Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend
 der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure,
 30 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,
 Linolsäure und Linolensäure,

5 Teile	Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,
0,2 Teile	Konservierungsmittel,
Rest	Wasser.

5

Nach DIN 53902 schäumt die Präparation stark. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr hohen Schaumbildung.

10 Vergleichsbeispiel 5b (ohne Komponente B)

48 Teile	C.I. Pigment Red 112,
2,2 Teile	Hostapur SAS 30 [®] (Alkylsulfonat, Natriumsalz),
4,4 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$ (Durchschnitt),
15	
5 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
1 Teil	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
1 Teil	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, 20 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure,
5 Teile	Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,
0,2 Teile	Konservierungsmittel,
25	
Rest	Wasser.

Nach DIN 53902 schäumt die Präparation stark. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr hohen Schaumbildung.

Beispiel 6

Die in diesem Beispiel verwendete Acrylatharzlösung ist aus DE-A-101 35 140 bekannt. Das Polyacrylat ist ein Copolymer aus 50 – 70 % Styrol, 20 – 40 % Acryl- bzw. Methacrylsäure und 5 – 15 % Estern der Acryl- bzw. Methacrylsäure. Die Acrylatlösung besteht aus 25 Gew.-% des gelösten Polymers, 3,9 Gew.-% NaOH und 71,1 Gew.-% Wasser.

	45 Teile	C.I. Pigment Yellow 97,
10	2 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, $M = Na^+$ (Komponente B),
	1,2 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$ (Durchschnitt),
	7,5 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
15	0,5 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
	0,1 Teile	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure,
20	12 Teile	25%-ige Acrylatharzlösung,
	0,2 Teile	Konservierungsmittel,
	Rest	Wasser.

Die Pigmentpräparation ist bezüglich Farbstärke, Lagerstabilität, Schaumvermögen, Scherstabilität und Eintrockenbeständigkeit mit dem Beispiel 1 vergleichbar.

Beispiel 7

30	30 Teile	C.I. Pigment Violett 23,
	2,3 Teile	Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$, $n = 8$, $X = CH_2COO^-$, $M = Na^+$ (Komponente B),
	4 Teile	Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$, $n = 29$

		(Durchschnitt),
	5 Teile	Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),
	0,6 Teile	Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$, $R^7 = C_5H_{11}$,
5	0,1 Teile	Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cypriylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure,
	4 Teile	Natrium Salz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,
10	0,2 Teile	Konservierungsmittel,
	Rest	Wasser.

Die Pigmentpräparation ist bezüglich Farbstärke, Lagerstabilität, Schaumvermögen, Scherstabilität und Eintrockenbeständigkeit mit dem Beispiel 1 vergleichbar.

Patentansprüche:

1. Wässrige Pigmentpräparation, enthaltend
 - (A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,
 - 5 (B) mindestens einen mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylether,
 - (C) mindestens ein alkoxyliertes Styrol-Phenol-Kondensat,
 - (D) mindestens einen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
 - 10 (E) mindestens ein Alkindiol,
 - (F) Fette und Öle pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigte und ungesättigte höhere Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salze solcher gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
 - (G) gegebenenfalls eine wässrige Acrylatharzlösung,
 - 15 (H) gegebenenfalls ein polymeres Kondensationsprodukt aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
 - (I) gegebenenfalls einen Sulfobernsteinsäure-Halbestер eines Rizinusölalkoxylats,
 - 20 (J) gegebenenfalls eine hydrotrope Substanz,
 - (K) gegebenenfalls weitere für wässrige Pigmentpräparationen übliche Zusatzstoffe, und
 - (L) Wasser.
- 25 2. Pigmentpräparation nach Anspruch 1, enthaltend im wesentlichen
 - (A) 5 bis 80 Gew.-% mindestens eines organischen und/oder anorganischen Pigments,
 - (B) 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylethers,
 - 30 (C) 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines alkoxylierten Styrol-Phenol-Kondensats,
 - (D) 0,5 bis 50 Gew.-% mindestens eines Polyethylenglykolethers mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,

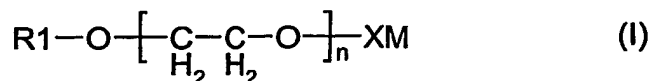
- (E) 0,1 bis 5 Gew.-% mindestens eines Alkindiols,
(F) 0,1 bis 10 Gew.-% an Fetten und Ölen pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salzen dieser gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
5 (G) 0 bis 30 Gew.-% einer wässrigen Acrylatharzlösung,
(H) 0 bis 10 Gew.-% eines polymeren Kondensationsproduktes aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
10 (I) 0 bis 10 Gew.-% eines Sulfobernsteinsäure-Halbesters eines Rizinusölalkoxylats,
(J) 0 bis 30 Gew.-% einer hydrotropen Substanz,
(K) 0 bis 10 Gew.-% weiterer für wässrige Pigmentpräparationen üblicher Zusatzstoffe und
15 (L) 5 bis 90 Gew.-% Wasser,
wobei die Gewichtsprozentage jeweils auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation bezogen sind.
3. Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, enthaltend im wesentlichen
- 20 (A) 20 bis 70 Gew.-% mindestens eines organischen und/oder anorganischen Pigments,
(B) 1 bis 15 Gew.-% mindestens eines mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylethers,
(C) 1 bis 15 Gew.-% mindestens eines alkoxylierten Styrol-Phenol-Kondensats,
25 (D) 1 bis 20 Gew.-% mindestens eines Polyethylenglykolethers mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
(E) 0,1 bis 2 Gew.-% mindestens eines Alkindiols,
(F) 0,1 bis 5 Gew.-% an Fetten und Ölen pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salzen dieser gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
30 (G) 0 bis 25 Gew.-% einer wässrigen Acrylatharzlösung,

- (H) 0 bis 5 Gew.-% eines polymeren Kondensationsproduktes aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
- (I) 0 bis 8 Gew.-% eines Sulfobernsteinsäure-Halbesters eines
- 5 Rizinusölethoxylats,
- (J) 0 bis 20 Gew.-% einer hydrotropen Substanz,
- (K) 0 bis 5 Gew.-% weiterer, für wässrige Pigmentpräparationen üblicher Zusatzstoffe und
- (L) 10 bis 70 Gew.-% Wasser,
- 10 wobei die Gewichtsprozentage jeweils auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation bezogen sind.

4. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment (A) mindestens ein
- 15 Pigment aus der Gruppe der Monoazo-, Disazo-, verlackten Azo-, β -Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazol-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-, Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthanthron-, Anthrachinon-, Flavanthron-, Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolin-, Isoindolinon- oder Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder
- 20 ein saurer bis alkalischer Ruß aus der Gruppe der Furnaceruße oder Gasruße, oder eine Kombination davon ist.

5. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment mit Ruß oder Titandioxid
- 25 kombiniert ist.

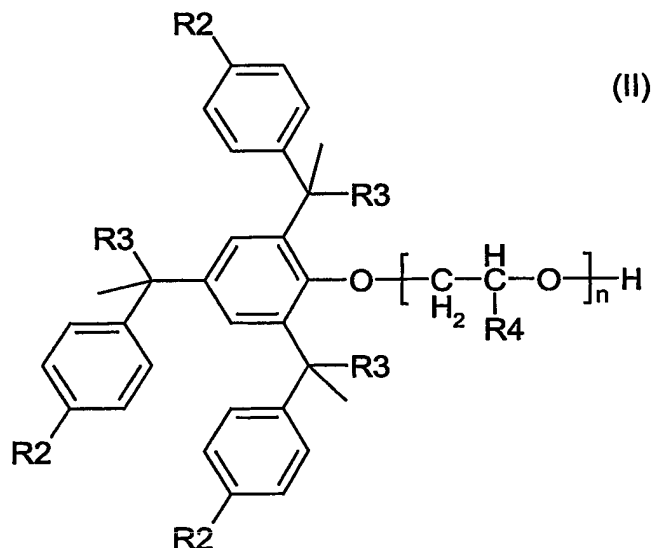
6. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierte Polyethylenglykolalkylether (B) einer Verbindung der Formel (I) entspricht:
- 30

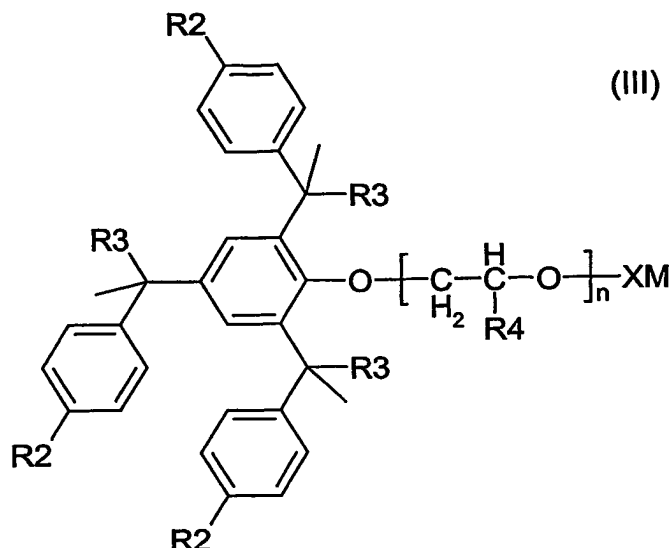


worin

- R^1 ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C_2 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest, wobei die Substituenten 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Aryl, Aryl(C_1 - C_{20})alkyl, C_5 - C_6 -Cycloalkyl, Hetaryl, Hetaryl(C_1 - C_{20})alkyl oder C_1 - C_{20} -Alkoxy sind,
- n eine Zahl von 1 bis 100,
- X SO_3^- , SO_2^- , CH_2COO^- , PO_3^{2-} oder PO_3M^- und
- 10 M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH_4^+ , ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion, oder eine Kombination davon, bedeuten.

7. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das alkoxylierte Styrol-Phenol-Kondensat (C) einer Verbindung der Formel (II) oder (III) oder deren Gemischen entspricht:
- 15





worin

R² H, ein verzweigter oder unverzweigter C₁-C₂₀-Alkyl- oder C₃-C₂₀-Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C₂-C₂₀-Alkenyl- oder C₃-C₂₀-Cycloalkenylrest,

R³ und R⁴ unabhängig voneinander H, ein verzweigter oder unverzweigter C₁-C₂₀-Alkyl- oder C₃-C₂₀-Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C₂-C₂₀-Alkenyl- oder C₃-C₂₀-Cycloalkenylrest,

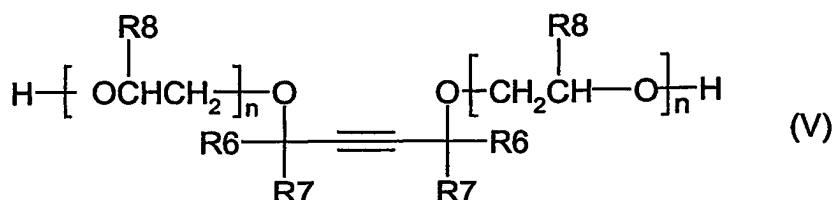
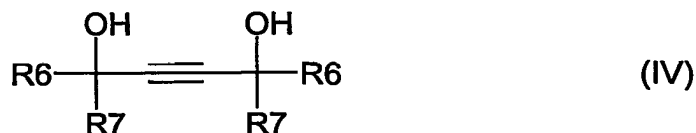
n eine Zahl von 1 bis 100,

X CO-R⁵-COO⁻, SO₃⁻, SO₂⁻, PO₃²⁻ oder PO₃M⁻,

R⁵ ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C₁-C₂₀-Alkylrest, ein substituierter, unsubstituierter oder verzweigter oder unverzweigter C₂-C₂₀-Alkenylrest, oder ein substituierter oder unsubstituierter Arylenrest, wobei die Substituenten bevorzugt 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Hydroxy, C₁-C₄-Alkoxy, Nitro, Cyano, Carboxy, Amino oder Sulfo sind, und

M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation NH₄⁺, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion bedeuten.

8. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Alkindiol (E) einer Verbindung der Formel (IV) oder (V) oder deren Gemischen entspricht:



5

worin

R^6 H oder ein verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_4 -Alkyrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_2 - C_4 -Alkenylrest,

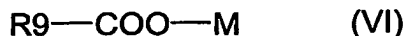
10 R^7 ein verzweigter oder unverzweigter C_3 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_3 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest,

R^8 H, ein verzweigter oder unverzweigter C_1 - C_{20} -Alkyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C_2 - C_{20} -Alkenyl- oder C_3 - C_{20} -Cycloalkenylrest,

15 n eine Zahl von 1 bis 100 ist.

9. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (F) einer Verbindung der Formel (VI) oder einem Gemisch davon entspricht

20



worin

R^9 ein verzweigter oder unverzweigter C_7 - C_{29} -Alkyl- oder ein verzweigter oder unverzweigter C_7 - C_{29} -Alkenyl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C_7 - C_{29} -Alkdieryl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C_7 - C_{29} -Alktrieryl-Rest und

25

M H, ein einwertiges Metallkation, NH_4^+ , ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion sind,

oder ein Fett oder Öl aus der Gruppe Talg, Palmkernfett, Kokosfett, Rapsöl, Sonnenblumenöl, Leinöl, Palmöl, Sojaöl, Erdnussöl und Walöl ist.

10. Verfahren zur Herstellung einer Pigmentpräparation gemäß einem oder
5 mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (A) zusammen mit den Komponenten (B), (C), (D), (E), (F) und gegebenenfalls (G), (H), (I), (J) und (K) in Wasser angeteigt und homogenisiert wird (Komponente L), und mit Hilfe eines Mahl- oder Dispergieraggregats feindispersiert oder feinverteilt wird.

10

11. Verwendung einer Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9 zum Pigmentieren natürlicher oder synthetischer Materialien.

12. Verwendung nach Anspruch 11 zum Pigmentieren von natürlichen und
15 synthetischen Fasermaterialien, bevorzugt Cellulosefasern, insbesondere zur Papiermassefärbung und Lamineinfärbung.

13. Verwendung nach Anspruch 11 zum Pigmentieren oder Herstellen von
Drucktinten, Ink-Jet-Tinten, elektrophotographischen Tonern, Pulverlacken,
20 Farbfiltern, elektronischen Tinten und „Electronic Paper“, Anstrich- und Dispersionsfarben, Dispersionslacken, Druckfarben, Tapetenfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Holzschutzsystemen, Viskose-Spinnfärbung, Wurstdärmen, Saatgut, Düngemitteln, Glasflaschen, sowie zur Massefärbung von Dachziegeln, zur Einfärbung für Putze, Holzbeizen, Buntstiftminen,
25 Faserschreibern, Wachsen, Paraffinen, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmitteln, Schuhpflegemitteln, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2004/011852

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C09B67/00 C09D11/00 C09D17/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C09B C09D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 402 (C-633), 6 September 1989 (1989-09-06) & JP 01 146979 A (YOKOHAMA RUBBER CO LTD:THE), 8 June 1989 (1989-06-08) abstract	1-13
A	US 6 569 231 B1 (MATHIAS JOHANN ET AL) 27 May 2003 (2003-05-27) the whole document	1-13
A	DE 101 33 641 A1 (CLARIANT GMBH) 30 January 2003 (2003-01-30) the whole document	1-13

☐ Further documents are listed in the continuation of box C

☒ Patent family members are listed in annex

* Special categories of cited documents *

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance, the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance, the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 April 2005

Date of mailing of the international search report

25/04/2005

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P B 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Fritz, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2004/011852

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 01146979	A	08-06-1989	JP 2012527 C JP 7047723 B	02-02-1996 24-05-1995
US 6569231	B1	27-05-2003	DE 19950043 A1 AT 270696 T CA 2323303 A1 DE 50007004 D1 EP 1092756 A2 ES 2223439 T3 JP 2001152072 A	12-07-2001 15-07-2004 16-04-2001 12-08-2004 18-04-2001 01-03-2005 05-06-2001
DE 10133641	A1	30-01-2003	CN 1525998 A WO 03006556 A1 EP 1409593 A1 JP 2004521182 T US 2005075415 A1	01-09-2004 23-01-2003 21-04-2004 15-07-2004 07-04-2005

DESI AVAILABLE COPY

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/011852

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C09B67/00 C09D11/00 C09D17/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C09B C09D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehorende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Beitrag Anspruch Nr.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 013, Nr. 402 (C-633), 6. September 1989 (1989-09-06) & JP 01 146979 A (YOKOHAMA RUBBER CO LTD:THE), 8. Juni 1989 (1989-06-08) Zusammenfassung	1-13
A	US 6 569 231 B1 (MATHIAS JOHANN ET AL) 27. Mai 2003 (2003-05-27) das ganze Dokument	1-13
A	DE 101 33 641 A1 (CLARIANT GMBH) 30. Januar 2003 (2003-01-30) das ganze Dokument	1-13

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

G Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. April 2005

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

25/04/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P B 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Fritz, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/011852

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
JP 01146979	A	08-06-1989	JP	2012527 C	02-02-1996
			JP	7047723 B	24-05-1995
US 6569231	B1	27-05-2003	DE	19950043 A1	12-07-2001
			AT	270696 T	15-07-2004
			CA	2323303 A1	16-04-2001
			DE	50007004 D1	12-08-2004
			EP	1092756 A2	18-04-2001
			ES	2223439 T3	01-03-2005
			JP	2001152072 A	05-06-2001
DE 10133641	A1	30-01-2003	CN	1525998 A	01-09-2004
			WO	03006556 A1	23-01-2003
			EP	1409593 A1	21-04-2004
			JP	2004521182 T	15-07-2004
			US	2005075415 A1	07-04-2005

BEST AVAILABLE COPY